

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2003-217107

(P2003-217107A)

(43) 公開日 平成15年7月31日 (2003.7.31)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テマコード* (参考)
G 1 1 B 5/65		G 1 1 B 5/65	5 D 0 0 6
5/738		5/738	5 E 0 4 9
H 0 1 F 10/14		H 0 1 F 10/14	

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願2002-9160 (P2002-9160)

(22) 出願日 平成14年1月17日 (2002.1.17)

(71) 出願人 000005234

富士電機株式会社

神奈川県川崎市川崎区田辺新田1番1号

(72) 発明者 中村 雅

神奈川県川崎市川崎区田辺新田1番1号

富士電機株式会社内

(72) 発明者 清水 貴宏

神奈川県川崎市川崎区田辺新田1番1号

富士電機株式会社内

(74) 代理人 100077481

弁理士 谷 義一 (外2名)

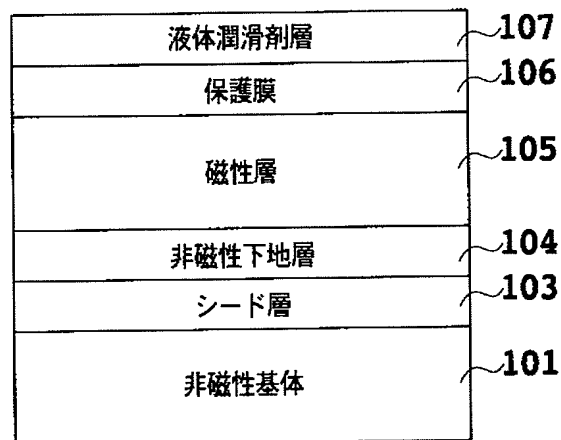
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 磁気記録媒体

(57) 【要約】

【課題】 垂直磁気記録方式の磁気記録媒体において、結晶粒の微細化と粒径分布の低減の制御を容易にし、効果的に粒間の磁気的な相互作用の低減を図る。

【解決手段】 非磁性基体に少なくとも、非磁性下地層104、磁性層105、保護膜106、及び液体潤滑剤層107が順次積層されて構成された、垂直磁気記録方式の磁気記録媒体は、磁性層105が、六方最密充填構造を有する強磁性結晶粒子と、それを取り巻く主に酸化物からなる非磁性粒界とを有する、グラニュー構造を取っており、非磁性下地層104は、六方最密充填の結晶構造を有する金属又は合金であり、非磁性下地層104の下に、面心立方の結晶構造を有する金属又は合金からなるシード層103を備える。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 非磁性基板上に少なくとも、非磁性下地層、磁性層、保護膜、及び液体潤滑層が順次積層されて構成された、垂直磁気記録方式の磁気記録媒体において、

前記磁性層は、六方最密充填構造を有する強磁性結晶粒子と、該強磁性結晶粒子を取り巻く主に酸化物からなる非磁性粒界とを有する、グラニューラー構造を取っており、

前記非磁性下地層は、六方最密充填の結晶構造を有する金属又は合金であり、

前記非磁性下地層の下に、面心立方の結晶構造を有する金属又は合金からなるシード層を備えたことを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項2】 請求項1に記載の磁気記録媒体において、前記非磁性下地層は、前記非磁性下地層のa軸格子定数と前記磁性層のa軸格子定数とのミスマッチが10%以内であるRe、Ru、Osのいずれかの金属、又は前記Re、Ru、Osのうちの少なくとも1つを含む合金であることを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項3】 請求項2に記載の磁気記録媒体において、前記非磁性下地層は、粒径が8nm以上の結晶粒子が前記非磁性下地層の結晶全体の10%以下であり、結晶粒子の粒径の標準偏差値が1.4nm以下であることを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項4】 請求項1乃至3のいずれかに記載の磁気記録媒体において、前記シード層は、Cu、Au、Pd、Pt、Irのいずれかの金属、又はCu、Au、Pd、Pt、Irのうちの少なくとも1つを含む合金、又は、少なくともNiとFeとを含む合金であることを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項5】 請求項1乃至4のいずれかに記載の磁気記録媒体において、前記シード層の下に、体心立方の結晶構造又はアモルファス構造を有する、金属又は合金からなる非磁性配向制御層を備えたことを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項6】 請求項5に記載の磁気記録媒体において、前記非磁性配向制御層は、Nb、Mo、Ta、Wのいずれかの非磁性金属、又はNb、Mo、Ta、Wのうちの少なくとも1つを含む非磁性合金からなることを特徴とする磁気記録媒体。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、磁気記録媒体に関し、より詳しくは、パソコン用の外部記憶装置をはじめとする各種磁気記録装置に搭載する垂直磁気記録方式の磁気記録媒体に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 磁気記録の高密度化を実現する技術として、従来の長手磁気記録方式に代えて、垂直磁気記録方

式が注目されている。

【0003】 垂直磁気記録媒体用の磁気記録層用材料としては、現在、主にCoCr系合金結晶質膜が検討されており、垂直磁気記録に用いるために、hcp構造をもつCoCr系合金のc軸が膜面に垂直（c面が膜面に平行）になるように結晶配向を制御している。CoCr系合金の今後の更なる高密度化に対し、このCoCr系結晶粒の微細化、粒径分布の低減、粒間の磁気的な相互作用の低減等の試みが行なわれている。

【0004】 一方、長手記録媒体の高密度化のための磁性層構造制御の一方式として、一般にグラニューラー磁性層と呼ばれる、磁性結晶粒の周囲を酸化物や窒化物のような非磁性非金属物質で囲んだ構造をもつ磁性層が、例えば特開平8-255342号公報やUSP5、679、473号公報で開示されている。このようなグラニューラー磁性膜は、非磁性非金属の粒界相が磁性粒子を物理的に分離するため、磁性粒子間の磁気的な相互作用が低下し、記録ビットの遷移領域に生じるジグザグ磁壁の形成を抑制するので、低ノイズ特性が得られると考えられている。

【0005】 上述の技術を組み合わせ、垂直磁気記録媒体の記録層として、グラニューラー磁性層を用いることが提案されている。例えば、IEEE Trans.、Mag.、Vol. 36、2393（2000）には、Ruを下地層とし、グラニューラー構造をもつCoPtCrO合金を磁性層とした垂直記録媒体が記載されており、グラニューラー磁性層の下地層であるRu層の膜厚を40nm程度以上にするとc軸配向性が向上し、それに伴い優れた磁気特性と電磁変換特性が得られている。

【0006】 一方、特願2001-264517号では、非磁性下地層を六方最密充填（hcp）の結晶構造を有する金属又は合金とし、かつ、非磁性下地層の下に、面心立方（fcc）の結晶構造を有する金属又は合金からなるシード層を付与することで、下地層膜厚あるいは下地層とシード層の合計膜厚が非常に薄い場合でも優れた垂直磁気記録媒体が得られている。

## 【0007】

【発明が解決しようとする課題】 グラニューラー磁性層を用いて優れた電磁変換特性を有する垂直磁気記録媒体を実現するためには、ターゲット中に含まれるSiO<sub>2</sub>のような酸化物等とCo系合金とを膜中で良好に分離させる必要があり、かつ、ノイズを低減するために微細な粒子や粗大化した粒子による分布を抑制する必要がある。

【0008】 しかしながら、非磁性非金属の粒界相が磁性粒子を物理的に分離した構造により低ノイズ化を図れても、非磁性下地層に、六方最密構造や体心立方構造を有し、かつ、磁性層結晶a軸格子定数とのミスマッチが15%以上の材料を用い、磁性層を成膜した場合には、磁性層結晶との格子整合性が劣るため、非磁性中間層による簡易な磁性層の粒径サイズ制御に限度がある。すな

わち、さらに、結晶サイズの微細化、分布の低減を制御することが低ノイズ媒体を実現するために必要とされている。

【0009】本発明は、このような課題に鑑みてなされたもので、その目的とするところは、結晶粒の微細化と粒径分布の低減の制御を容易にし、効果的に粒間の磁気的な相互作用の低減を図ることができる垂直磁気記録方式の磁気記録媒体を提供することにある。

#### 【0010】

【課題を解決するための手段】このような目的を達成するために、請求項1に記載の発明は、非磁性基板上に少なくとも、非磁性下地層、磁性層、保護膜、及び液体潤滑層が順次積層されて構成された、垂直磁気記録方式の磁気記録媒体において、前記磁性層は、六方最密充填構造を有する強磁性結晶粒子と、該強磁性結晶粒子を取り巻く主に酸化物からなる非磁性粒界とを有する、グラニュー構造を取っており、前記非磁性下地層は、六方最密充填の結晶構造を有する金属又は合金であり、前記非磁性下地層の下に、面心立方の結晶構造を有する金属又は合金からなるシード層を備えたことを特徴とする。

【0011】請求項2に記載の発明は、請求項1に記載の磁気記録媒体において、前記非磁性下地層は、前記非磁性下地層のa軸格子定数と前記磁性層のa軸格子定数とのミスマッチが10%以内であるRe、Ru、Osのいずれかの金属、又は前記Re、Ru、Osのうちの少なくとも1つを含む合金であることを特徴とする。

【0012】請求項3に記載の発明は、請求項2に記載の磁気記録媒体において、前記非磁性下地層は、粒径が8nm以上の結晶粒子が前記非磁性下地層の結晶全体の10%以下であり、結晶粒子の粒径の標準偏差値が1.4nm以下であることを特徴とする。

【0013】請求項4に記載の発明は、請求項1乃至3のいずれかに記載の磁気記録媒体において、前記シード層は、Cu、Au、Pd、Pt、Irのいずれかの金属、又はCu、Au、Pd、Pt、Irのうちの少なくとも1つを含む合金、又は、少なくともNiとFeとを含む合金であることを特徴とする。

【0014】請求項5に記載の発明は、請求項1乃至4のいずれかに記載の磁気記録媒体において、前記シード層の下に、体心立方の結晶構造又はアモルファス構造を有する、金属又は合金からなる非磁性配向制御層を備えたことを特徴とする。

【0015】請求項6に記載の発明は、請求項5に記載の磁気記録媒体において、前記非磁性配向制御層は、Nb、Mo、Ta、Wのいずれかの非磁性金属、又はNb、Mo、Ta、Wのうちの少なくとも1つを含む非磁性合金からなることを特徴とする。

【0016】以上の構成による磁気記録媒体に対して、上記のグラニュー磁性層の粒径制御による低ノイズ化について検討した結果、磁性層を成膜するにあたり、結

晶構造が磁性層の強磁性結晶粒のそれと同じ六方最密充填構造を有する非磁性下地層の結晶質層に対応してCo粒子が、多孔質領域あるいは非晶質相に対応して酸化物を析出、成長し、非磁性層の結晶粒子サイズを制御することにより、優れた諸特性を実現できることが明らかとなった。

【0017】すなわち、スパッタ法により作製した非磁性下地層の結晶粒子と磁性層結晶粒子をエピタキシャル成長させ、その結果、配向性を維持したまま、非磁性下地層結晶粒子により磁性層の結晶成長を制御でき、それと同時にそれを取囲むように存在する非晶質粒子とにより、磁性層膜の構造を制御するために優れた諸特性を実現するものである。

【0018】このようなグラニュー磁性層下に設けた非磁性下地層は、結晶粒子上と非晶質粒子上とで薄膜の成長メカニズムが異なることで、磁性層の結晶構造や組織を抑制するため、非磁性層は膜厚方向に柱状構造、かつ、多孔質、あるいは、グラニュー構造にすることが好ましい。また、非磁性下地層結晶粒子のa軸格子定数と磁性層のそれとのミスマッチが、10%以内である必要がある。これにより、非磁性下地層結晶粒子から磁性層膜をエピタキシャル成長させる場合に、結晶格子の整合性を確保することができる。そのときに、非磁性下地層の結晶粒子径8nm以上の比率が全体の10%以下であり、標準偏差値を1.4nm以下に制御すると磁性層の微細粒子、かつ、粗大粒子を低減させることができ、低ノイズ媒体を得られる。

【0019】さらに、CoPt系合金等の六方最密充填構造を有する強磁性結晶粒からなるグラニュー磁性膜を形成するにあたり、主に配向性を制御するために非磁性下地層を六方最密充填(hcp)の結晶構造を有する金属又は合金とし、かつ、前記非磁性下地層の下に、面心立方(fcc)の結晶構造を有する金属又は合金からなるシード層を付与することで、その上に積層される非磁性粒子、かつ、グラニュー磁性層の強磁性結晶粒は膜面と垂直な方向へのc軸配向性が向上するため、より高い効果を得ることができる。

【0020】なお、このような層構成とすることで、容易に優れた垂直磁気記録媒体が得られることから、本発明の媒体を成膜するにあたっては基板加熱を行う必要がなくなり、製造プロセスの簡易化と低コスト化が図れると同時に、従来のALやガラス基板以外にも、安価なプラスチックを基板として使用することも可能である。

#### 【0021】

【発明の実施の形態】以下、図面を参照して本発明の実施形態を詳細に説明する。なお、各図面において同様の機能を有する箇所には同一の符号を付している。

【0022】図1及び図2は、本実施形態による磁気記録媒体の構成を示す断面模式図である。図1は、本実施形態の垂直磁気記録媒体の断面模式図である。垂直磁気

記録媒体は、非磁性基体101上にシード層103、非磁性下地層104、磁性層105及び保護膜106が順に形成された構造を有しており、さらにその上に液体潤滑剤層107が形成されている。

【0023】また本実施形態では、図2に示すような、非磁性基体201上に非磁性配向制御層202、202上にシード層203、非磁性下地層204、磁性層205及び保護膜206が順に形成され、さらにその上に液体潤滑剤層207が形成された構造の垂直磁気記録媒体も合わせて開示している。

【0024】非磁性基体101、201としては、通常の磁気記録媒体用に用いられる、NiPメッキを施したAl合金や強化ガラス、結晶化ガラス等を用いることができるほか、基板加熱を必要としないことから、ポリカーボネート、ポリオレフィンやその他のプラスチック樹脂を射出成形することで作製した基板をも用いることができる。

【0025】磁性層105、205は、強磁性を有する結晶粒とそれを取り巻く非磁性粒界からなり、かつその非磁性粒界が、金属の酸化物又は窒化物からなる、いわゆるグラニューラー磁性層である。このような構造は、例えば非磁性粒界を構成する酸化物を含有する強磁性金属をターゲットとして、スパッタリングにより成膜することや、強磁性金属をターゲットとして酸素を含有するArガス中で反応性スパッタリングにより成膜することで作製することができる。

【0026】強磁性を有する結晶を構成する材料は特に制限されないが、CoPt系合金が好適である。特にCoPt合金にCr、Ni、Taのうちの少なくとも1つの元素を添加することが、媒体ノイズの低減のためには望ましい。一方、非磁性粒界を構成する材料としては、Cr、Co、Si、Al、Ti、Ta、Hf、Zrのうちの少なくとも1つの元素の酸化物を用いることが、安定なグラニューラー構造を形成するためには特に望ましい。磁性層の膜厚は特に制限されるものではなく、記録再生時に十分なヘッド再生出力と記録再生分解能を得るための膜厚が必要とされる。

【0027】さらに保護膜106、206は、例えばカーボンを主体とする薄膜が用いられる。また液体潤滑剤層107、207は、例えばパーフルオロポリエーテル系の潤滑剤を用いることができる。

【0028】以下、シード層103、203及び非磁性下地層104、204について説明する。非磁性下地層は六方最密充填(hcp)の結晶構造を有する金属又は合金であることが必要であり、その中でも、Re、Ru、Osのいずれかの金属、又はRe、Ru、Osのうちの少なくとも一種を含む合金を用いることが、グラニューラー磁性層の配向を制御するためには望ましい。さらに、非磁性下地層のa軸格子定数と磁気記録層のa軸格子定数のミスマッチが10%以内であることが望まし

い。また、シード層は面心立方(fcc)の結晶構造を有する金属又は合金であり、その中でも、Cu、Au、Pd、Pt、Irのいずれかの金属、又はCu、Au、Pd、Pt、Irのうちの少なくとも一種を含む合金、又は、少なくともNiとFeを含む合金であることが望ましい。

【0029】シード層はfccの結晶構造を有するため、これを基板上に成膜した場合、最密結晶面であるfcc(111)面が膜面に平行に配向して成長しやすい。さらに、本実施形態における非磁性下地層はhcpの結晶構造を有するため、これをfcc(111)面配向しているシード層上に成膜すると、最も格子整合のよいhcp(002)面が膜面に平行に配向して成長しやすくなる。このような非磁性下地上にグラニューラー磁性層を成膜することで、磁性層中の金属結晶粒もまたhcp(002)面が膜面に平行に配向して成長するため、優れた垂直磁気記録媒体を得ることができる。

【0030】この際、シード層としてCu、Au、Pd、Pt、Irのいずれかの金属、又はCu、Au、Pd、Pt、Irのうちの少なくとも一種を含む合金、又は、少なくともNiとFeを含む合金を選択し、かつ非磁性下地層として、Ti、Re、Ru、Osのいずれかの金属、又はTi、Re、Ru、Osのうちの少なくとも一種を含む合金を選択すると、シード層と非磁性下地層、ならびに非磁性下地層とグラニューラー磁性層の間の格子整合が良好となるため、さらに優れた垂直磁気記録媒体が得られることになる。

【0031】シード層の膜厚としては、3nm以上、好ましくは5nm以上とすることが、非磁性下地層の配向を制御するためには望ましいが、特に軟磁性裏打層をシード層の下に付与した2層垂直磁気記録媒体を作製する際には、記録層と軟磁性裏打層との距離をなるべく小さくすることが望ましいため、シード層の膜厚は配向を制御できる範囲でなるべく薄いことが必要とされる。

【0032】非磁性下地層の膜厚としては、2nm以上、好ましくは5nm以上とすることが、グラニューラー磁性層の配向を制御するためには望ましいが、製造コスト、並びに2層垂直磁気記録媒体での記録層と軟磁性裏打層の距離を低減するという目的からは、非磁性下地層の膜厚は配向を制御できる範囲でなるべく薄いことが必要とされる。

【0033】なお、2層垂直磁気記録媒体の作製にあたっては、軟磁性裏打層をfcc構造を有するNiFe軟磁性合金とするか、あるいは軟磁性裏打層の最上部にのみ同様なNiFe軟磁性合金を薄く付与し、これらのfcc合金膜をシード層とみなすことで、非磁性下地層の配向制御を行うこともできる。この場合、記録層と軟磁性裏打層の距離は実質的には非磁性下地層の膜厚のみに薄くできるため、さらに好適な垂直磁気記録媒体を作製することができる。

【0034】次に、非磁性配向制御層 202 について説明する。非磁性配向制御層は、体心立方 (bcc) の結晶構造、あるいはアモルファス構造を有する金属又は合金であることが必要である。このような層を設けることで、シード層の fcc (111) 配向性をさらに強化することができ、非磁性下地層の配向の向上を介して記録層の諸特性が改善される。このような効果は bcc の結晶構造をもつ材料として Nb、Mo、Ta、W のいずれかの非磁性金属、又は Nb、Mo、Ta、W のうち少なくとも一種を含む非磁性合金を用いた場合に最大となる。また、NiP や CoZr などのアモルファス構造をもつ材料も好適に使用できる。

【0035】非磁性配向制御層の膜厚としては、3 nm 以上、好ましくは 5 nm 以上とすることが、シード層の配向を制御するためには望ましい。

【0036】以上説明した層構成からなる、図 1 あるいは図 2 に示した磁気記録媒体の製造にあたっては、従来の磁気記録媒体のような基板加熱工程を省略しても、優れた垂直磁気記録媒体を得る事が可能となり、製造工程の簡略化に伴う製造コストの低下をも図る事ができる。また、基板加熱が必要ないため、ポリカーボネートやポリオレフィン等の樹脂を材料とした非磁性基体を用いることも可能である。

【0037】

【実施例】以下、図面を参照して本発明の実施例を詳細に説明する。

【0038】(実施例 1) 非磁性基体として、ディスクは 3.5" 直径樹脂基板を用い、洗浄後、スパッタ装置内に導入し、Ar ガス圧 5 mTorr 下で、非磁性配向制御層を 5 nm 成膜し、さらに、Pt からなるシード層 5 nm を形成後、非磁性下地層を 2.3 nm/sec で、放電 Ar ガス圧 30 mTorr 下で 20 nm 形成した。非磁性下地層には Ti-10%Cr、Ta、Re、又は Ru を用いた。続いて、SiO<sub>2</sub> を 10 mol% 添加した CoCr<sub>12</sub>Pt<sub>12</sub> ターゲットを用い、RF スパッタ法により放電 Ar ガス圧 5 mTorr 下でグラニューラー磁性層 30 nm を形成した。

【0039】次いで、カーボン保護膜層 8 nm を積層した後、真空中から取り出し、その後、液体潤滑剤 1.5 nm を塗布して、図 2 に示す様な構成の磁気記録媒体を作製した。尚、成膜に先立つ基板加熱は行っていない。

【0040】図 5 は本実施例 1 の磁気記録媒体の電磁変換特性と XRD 測定による  $\Delta\theta_{50}$  値を示した表で、非磁性下地層の違いによる媒体特性への効果を比較するために、電磁変換特性と配向性を示したものである。

【0041】より詳細には、図 5 は、作製された媒体の保磁力  $H_c$  及び角型比  $S$  (振動試料型磁力計 VSM により測定)、並びに、記録再生特性として GMR ヘッドを用いてスピンスランドテスターで測定した、線記録密度 400 kFCI における対信号雑音比 SNR と、X 線回

折法により求めた磁性層の hcp (002) 回折線のロッギングカーブの反値幅  $\Delta\theta_{50}$  値を示す。評価した結果、非磁性下地層の a 軸格子定数と磁性層の a 軸格子定数とのミスマッチが 10% 以内である Re、Ru において、 $H_c$ 、SNR や配向性が大きく向上することがわかる。

【0042】(実施例 2) 本実施例 2 は、非磁性下地層として Ru を使用し、磁性層より上層の膜を成膜しないこと以外は実施例 1 と同様にして媒体を作製した。非磁性下地層はスパッタ法により成膜速度 4.2 nm/sec、放電 Ar ガス圧 70 mTorr 下で 20 nm を形成した。作製した媒体の断面を TEM (透過電子顕微鏡) により観察した結果、基板に対して垂直方向に柱状結晶で多孔質な構造が観察された。柱状結晶は、途中で結晶粒子が大きくなるなど異常成長することなく成長していることがわかった。

【0043】さらに、成膜初期に、初期成長層なども観察されなかった。また、TEM による平面観察を行った。結晶粒子サイズを求めたところ、平均粒径がおおよそ 6 nm であった。粒子サイズの分布は、正規分布をしており、標準偏差を求めると  $\sigma$  で 1.8 nm 以下であった。

【0044】また、結晶粒子微細化を目的に成膜速度 2.3 nm/sec に設定し、放電 Ar ガス圧 70 mTorr 下で 20 nm 形成した。得られた非磁性層膜の断面を TEM により観察した結果、基板に対して垂直方向に柱状結晶で多孔質な構造が観察された。柱状結晶は、途中で結晶粒子が大きくなるなど異常成長することなく成長していることがわかった。さらに、成膜初期に、初期成長層なども観察されなかった。一方で、TEM による平面観察を行った。結晶粒子サイズを求めたところ、平均粒径でおおよそ 5 nm であった。粒子サイズの分布は正規分布をしており、標準偏差を求めると  $\sigma$  で 1.4 nm 以下であった。

【0045】成膜速度を制御することにより、粒子の微細化、かつ、分布を改善することができた。

【0046】(実施例 3) 本実施例 3 は、非磁性下地層の成膜プロセス以外は実施例 2 と同様にして作製した。

【0047】非磁性下地層の Ru を、スパッタ法により成膜速度 4.2 nm/sec、放電 Ar ガス圧 70 mTorr 下で任意の膜厚を形成した。膜厚を 5 nm としたとき、逆に、50 nm と厚くしたときに、TEM における平面画像解析により結晶粒子サイズを求めたところ、それぞれ平均粒径で 5 nm、8 nm であった。粒子サイズの分布は、正規分布をしており、標準偏差を求めると  $\sigma$  で 1.4 nm、2.2 nm 以下であった。それぞれ得られる膜の断面構造は柱状構造で初期成長層なども観察されなかった。

【0048】続いて、成膜速度 1.3 nm/sec、膜厚を 20 nm と固定し、Ar ガス圧を上記の 0.7、

1. 2倍に設定し、TEMにおける平面画像により粒径解析を行った。結晶粒子サイズを求めたところ、それぞれ平均粒径で8 nm、5 nmであった。粒子サイズの分布は、正規分布をしており、標準偏差を求めると $\sigma$ で2.4 nm、1.9 nm以下であった。それぞれ得られる膜の断面構造は柱状構造で初期成長層なども観察されなかった。

【0049】これらの非磁性下地層の結晶配向性をX線回折法、TEMにより解析した結果、RuのC軸が基板面に垂直に配向していることが分かる。成膜条件による配向性に顕著な差異は確認できないものの、膜厚を厚くしガス圧を高くすると、結晶欠陥や結晶成長による粒径のばらつきが増加する。

【0050】以上のように膜厚やガス厚による粒径、構造制御が可能であることを確認した。

【0051】（実施例4）本実施例4は、実施例2に、Co系合金磁性層を成膜した磁気ディスクの例である。実施例2の非磁性中間層のRuを、成膜速度4.2 nm/sec、放電Arガス圧70 mTorr下で20 nmに形成した上に、SiO<sub>2</sub>を10 mol%添加したCoCr<sub>12</sub>Pt<sub>12</sub>ターゲットを用い、RFスパッタ法により放電Arガス圧5 mTorr下でグラニュー磁性層20 nmを形成した。次いで、カーボン保護膜層8 nmを積層した後、真空中から取り出し、その後、液体潤滑剤1.5 nmを塗布して、図2に示す様な構成の磁気記録媒体を作成した。尚、成膜に先立つ基板加熱は行っていない。

【0052】得られた磁気記録媒体の磁性層の平面をTEMにより観察した結果、磁性層結晶粒子は非磁性に囲まれたグラニュー構造をしていることが確認できた。格子像観察から、Co合金結晶粒子は結晶質であり、粒界は非晶質であることがわかった。結晶粒子間の平均距離は、1.5 nmであった。また、標準偏差を求めると $\sigma$ で2.0 nm以下であった。結晶粒子サイズを求めたところ、平均粒径で6 nmであった。本実施例4の磁性層の結晶粒子分布を解析したところ、粒子サイズ4 nm付近と8 nm付近に分布があり、ばらつきを求めると $\sigma/\text{mean } \phi$ で0.4 nmであった。

【0053】この磁性膜の断面構造をTEMにより観察したところ、非磁性下地層と磁性層との間には、格子のつながりが見られ、磁性膜は非磁性下地層からエピタキシャル成長していることがわかった。また、結晶相と粒界相とは、磁性膜の成長機構が異なり、異なる金属組織を有していることがわかった。X線回折結果より求めた磁性層のh c p (002) 回折線のロッキングカーブの反値幅 $\Delta \theta_{50}$  値が5.2であり、配向性の良いことがわかる。

【0054】この磁性膜の磁気特性を振動試料型磁力計(VSM)により測定した。得られた磁気特性は、保磁力が4.9 kOe、M-Hループにおけるヒステリシス

の角型性の指標であるSが0.9であり、良好な磁気特性を有していた。このように、角型性を示す指標が大きい(角型に近い)のは、非磁性下地層の粒界層を反映して磁性層の成長機構が今までと異なったために、磁性結晶粒子間の相互作用が低減された結果である。

【0055】（実施例5）非磁性下地層であるRuの成膜速度を2.3 nm/secに制御した以外は、実施例4と同様に成膜し、図2に示す様な構成の磁気記録媒体を作成した。尚、成膜に先立つ基板加熱は行っていない。

【0056】得られた磁性層の表面をTEMにより観察した結果、磁性層結晶粒子は非磁性に囲まれたグラニュー構造をしていることが確認できた。格子像観察から、Co合金結晶粒子は結晶質であり、粒界は非晶質であることがわかった。結晶粒子間の平均距離は、1.5 nmであった。また、標準偏差を求めると $\sigma$ で1.4 nm以下であった。結晶粒子サイズを求めたところ、平均粒径で4 nmであった。

【0057】図3は、本実施例5の磁性層の粒径解析結果を示し、磁性層の結晶粒子分布を示す図である。図3に示すように、粒子サイズの分布は、正規分布をしており、ばらつきを求めると $\sigma/\text{mean } \phi$ で0.2 nmであった。

【0058】図4は、本実施例5の磁気記録媒体の、非磁性下地層と磁性層部分のTEM観察による断面画像を示した図で、この膜の断面構造を観察した結果を示す。その結果、非磁性下地層401と磁性層402との間には、格子のつながりが見られ、磁性膜は非磁性下地層からエピタキシャル成長していることがわかった。また、結晶相と粒界相とは、磁性膜の成長機構が異なり、異なる金属組織を有していることがわかった。X線回折結果より求めた磁性層402のh c p (002) 回折線のロッキングカーブの反値幅 $\Delta \theta_{50}$  値が4.9であり配向性の良いことがわかる。

【0059】この磁性膜の磁気特性を振動試料型磁力計(VSM)により測定した。得られた磁気特性は、保磁力が5.0 kOe、M-Hループにおけるヒステリシスの角型性の指標であるSが0.9と、良好な磁気特性を有していた。このように、角型性を示す指標が大きい

(角型に近い)のは、粒径の分布が正規分布になった結果と非磁性下地層の粒界層を反映して磁性層の成長機構が今までと異なったために、磁性結晶粒子間の相互作用が低減された結果である。

【0060】（実施例6）図6は、実施例4と実施例5の磁気記録媒体の電磁変換特性、即ち、各々に示した磁気特性を有する磁性膜を用いた磁気ディスクの、記録再生特性結果を示す表で、実施例4と実施例5の粒径制御の違いによる媒体特性への効果を比較するために、電磁変換特性を示した表である。

【0061】記録再生特性は、スピンスランドテスター

で孤立再生波形の再生出力、線記録密度400kFCIにて測定したものである。評価した結果、実施例5の磁気記録媒体は、実施例4の磁気記録媒体と比較し、ノイズが25%小さくなり、SNRが10%向上した。これは、磁性層の粒径解析結果にあるように、非磁性下地層の8nm以上の結晶サイズを30%から10%以内に制御させたことと、磁性層の粒径4nm以下の粒子が15%から5%に低減でき、さらに、粒径のばらつき( $\sigma/\text{mean}\phi$ )を0.2に抑制できたことに起因して、Noiseを大きく低減できSNR値も大きく向上することが分かった。

【0062】これは、非磁性中間層の粒径8nm以上の結晶粒子は、その上に成長する磁性粒子を分離する特性があり、磁性層の粒径、ばらつきや偏析制御が困難になる。そのため、非磁性中間層結晶粒子の粒径8nm以上の割合を10%以下に低減すると、非磁性中間層結晶粒子に1対1に対応した磁性層結晶粒子の割合が増加する。さらに、この結晶成長では、より緻密な格子整合を助長し、磁性層と非磁性中間層における上下層界面との格子整合性が良くなり、また、非磁性下地層の柱状多孔質構造により偏析構造が促進されるため、良好な電磁変換特性を得ることができる。

#### 【0063】

【発明の効果】以上、説明したように、本発明によれば、磁性層が六方最密充填構造を有する強磁性結晶粒子と、それを取り巻く主に酸化物からなる非磁性粒界を有するグラニューラー構造をとり、かつ、非磁性下地層にRu、Os、Re、あるいはそれらを主体とする六方最密充填構造を有し、磁気記録層とのa軸格子定数のミスマッチが10%以内である材料を用いることで、優れた磁気特性と電磁変換特性を実現できる。

【0064】すなわち、下地層からのエピタキシャル成長が進んだ、良好な配向性を示しているため、本発明の非磁性下地層の構造と粒径分布を制御、すなわち、結晶構造が多孔質柱状構造、粒径8nm以上の結晶粒子の割

合を10%以下、かつ、標準偏差 $\sigma$ を1.4nm以下に低減することにより、その上に設けた磁性層の構造制御、結晶粒子の粒径制御が可能となり、ノイズの低減を実現できる。また、非磁性層による磁性膜構造、結晶粒径制御効果が簡易である利点を持つ。

【0065】さらに、本発明の媒体において磁性膜の結晶粒子間の距離を制御することにより、磁性結晶粒子間の相互作用の低減が可能である。したがって、本発明の磁気記録媒体は磁性微粒子を小さくした場合においても、室温において十分高い保磁力を有する。このため、熱擾乱の影響が少なく、安定な高密度記録化の実現が可能となる。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の実施形態の磁気ディスクの断面構造を示す模式図である。

【図2】本発明の実施形態の磁気ディスクの断面構造を示す模式図である。

【図3】本発明の実施例5の磁性層の結晶粒径分布図である。

【図4】本発明の実施例5の磁気記録媒体の断面構造を示すTEM画像を示す図である。

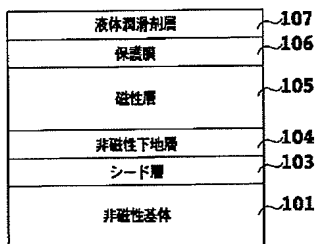
【図5】本発明の実施例1の磁気記録媒体の電磁変換特性とXRD測定による $\Delta\theta_{50}$ 値を示す表図である。

【図6】本発明の実施例4と実施例5の磁気記録媒体の電磁変換特性を示す表図である。

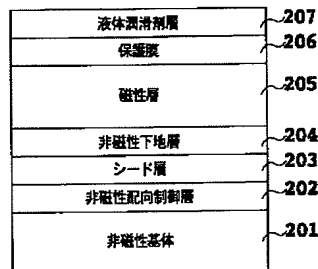
#### 【符号の説明】

- 101、201 非磁性基体
- 103、203 シード層
- 104、204 非磁性下地層
- 105、205 磁性層
- 106、206 保護膜
- 107、207 液体潤滑剤層
- 202 非磁性配向制御層
- 401 非磁性下地層
- 402 磁性層

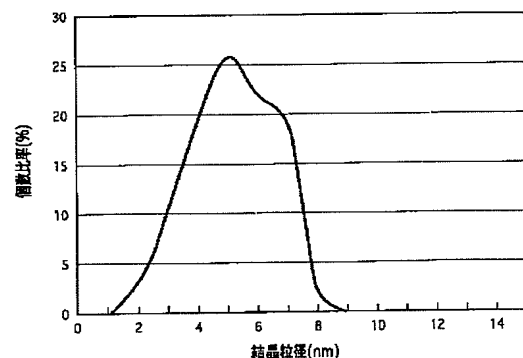
【図1】



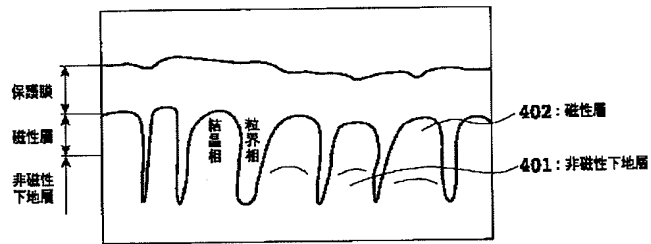
【図2】



【図3】



【図 4】



【図 5】

非磁性下地層	Hc [Oe]	S	SNR [dB]	$\Delta \theta 50$ [度]
Ti-10%Cr	2060	0.78	13.9	10.6
Ta	1220	0.25	10.2	21.9
Re	4900	0.89	16.0	5.0
Ru	4800	0.95	15.7	5.2

【図 6】

非磁性下地層	Hc [Oe]	S	SNR [dB]	Noise [ $\mu$ V]
実施例 4	4920	0.92	16.0	87.5
実施例 5	5008	0.89	17.9	65.0

フロントページの続き

(72)発明者 上住 洋之  
神奈川県川崎市川崎区田辺新田 1 番 1 号  
富士電機株式会社内

(72)発明者 滝澤 直樹  
神奈川県川崎市川崎区田辺新田 1 番 1 号  
富士電機株式会社内

(72)発明者 及川 忠昭  
神奈川県川崎市川崎区田辺新田 1 番 1 号  
富士電機株式会社内

F ターム (参考) 5D006 BB07 CA01 CA05 CA06 DA03  
DA08 EA03 FA09  
5E049 AA10 BA08